

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-031026

(43)Date of publication of application : 02.02.1996

(51)Int.Cl.

G11B 7/26

(21)Application number : 06-164273

(71)Applicant : MITSUBISHI PLASTICS IND LTD
MITSUBISHI CHEM CORP

(22)Date of filing : 15.07.1994

(72)Inventor : YAMADA SHINGETSU

(54) FORMATION OF RECORDING LAYER AND REPRODUCTION OF OPTICAL RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for forming a recording layer by which a thin film of a coloring material having a uniform thickness can be obtd. on a substrate and to produce an optical recording medium.

CONSTITUTION: When the top of a spinning substrate is coated with a soln. of a coloring material and then the soln. is spread on the substrate by increasing the number of revolutions of the substral to form a recording layer, the surface tension (X) of the soln. is regulated to 20dyne/cm, the number (Y) of revolutions of the substrate at the time of coating with the soln. is regulated to 40-60r.p.m. and the product (YZ) of the number (Y) and the viscosity (Z) of the soln. is regulated to 400-1,000r.p.m..cP.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 8 - 3 1 0 2 6

(43) 公開日 平成 8 年 (1 9 9 6) 2 月 2 日

(51) Int. Cl. ⁶

G11B 7/26

識別記号

531

庁内整理番号

7215-5D

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平 6 - 1 6 4 2 7 3

(22) 出願日 平成 6 年 (1 9 9 4) 7 月 1 5 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 6 1 7 2

三菱樹脂株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 5 番 2 号

(71) 出願人 0 0 0 0 0 5 9 6 8

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 5 番 2 号

(72) 発明者 山田 紳月

神奈川県平塚市真土 2 4 8 0 番地 三菱樹脂株式会社平塚工場内

(74) 代理人 弁理士 谷 義一 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 記録層の形成方法および光記録媒体の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 基板上に均一な膜厚の色素薄膜を得ることができる記録層の形成方法および光記録媒体の製造方法を提供する。

【構成】 回転する基板上に色素溶液を塗布した後、前記基板の回転数を上げて前記色素溶液を当該基板上に拡げて記録層を形成するに際し、前記色素溶液の表面張力 X を、 $X \geq 20 \text{ dyne/cm}$ とし、また、当該色素溶液塗布時の前記基板の回転数 Y を、 $60 \text{ rpm} \leq Y \leq 400 \text{ rpm}$ とし、かつ、塗布時の回転数 Y と前記色素溶液の粘度 Z との積 YZ を、 $1000 \text{ rpm} \cdot \text{cp} \leq YZ \leq 400 \text{ rpm} \cdot \text{cp}$ とする。

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 回転する基板上に色素溶液を塗布した後、前記基板の回転数を上げて前記色素溶液を当該基板上に拡げて記録層を形成するに際し、前記色素溶液の表面張力 X を、 $X \geq 20 \text{ dyne/cm}$ とし、また、当該色素溶液塗布時の前記基板の回転数 Y を、 $60 \text{ rpm} \leq Y \leq 40 \text{ rpm}$ とし、かつ、塗布時の回転数 Y と前記色素溶液の粘度 Z との積 YZ を、 $1000 \text{ rpm} \cdot \text{cp} \leq YZ \leq 400 \text{ rpm} \cdot \text{cp}$ とすることを特徴とする記録層の形成方法。

【請求項 2】 回転する基板上に色素溶液を塗布した後、前記基板の回転数を上げて前記色素溶液を当該基板上に拡げて記録層を形成する工程を含む光記録媒体の製造方法において、前記色素溶液の表面張力 X を、 $X \geq 20 \text{ dyne/cm}$ とし、また、当該色素溶液塗布時の前記基板の回転数 Y を、 $60 \text{ rpm} \leq Y \leq 40 \text{ rpm}$ とし、かつ、塗布時の回転数 Y と前記色素溶液の粘度 Z との積 YZ を、 $1000 \text{ rpm} \cdot \text{cp} \leq YZ \leq 400 \text{ rpm} \cdot \text{cp}$ とすることを特徴とする光記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は基板上に色素を含む膜厚が均一な記録層を形成することができる記録層の形成方法および光記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】CD-RやWORMなどの光ディスクは、ポリカーボネート(PC)などからなる光ディスク用基板に褐色色素などの記録材料を塗布した後、この記録層上に金(Au)などからなる反射層を形成し、さらに、これらを覆うように保護コート層を形成したものである。

【0003】このように色素を含む薄膜を記録層としている光記録媒体では、記録層の膜厚が一定でないと、情報記録時に形成されるピットの形状および深さが一定とならず、情報を読み出す時にエラーを生じやすい。

【0004】このような記録媒体では、一般的に、基板上に色素を含む記録層を形成するためにスピンコート法が用いられている。スピンコート法は、低速で回転される基板上に塗布液を滴下した後、該基板を高速回転させ、滴下された塗布液を遠心力により薄く広げて基板上に薄膜を形成する方法である。

【0005】かかるスピンコート法は半導体製造工程におけるフォトレジストの塗布に用いられている。この分野では、塗布条件決定のための期間を短縮し、また、効率化を図るために、現象をモデル化することにより成膜機構を把握するという解析的手法が検討されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、フォトレジスト塗布のための上記解析的手法のほとんどが、ある限ら

2

れた系での検討であるので、実際に塗布条件を得るには、試行錯誤を繰り返すのが現状であった。したがって、かかる解析的手法を、色素を含む塗布液の塗布という全く異なる系に適用するのは困難である。

【0007】また、上記解析的手法は、一般的に粘度の高い塗布液を使用した場合の解析である。一方、光記録媒体の記録層にはシアニン色素、含金属アゾ色素等の色素が使用され、塗布液の媒体はアルコール類であるので、色素を含む塗布液の粘度は、フォトレジストの塗布液と比べて粘度が非常に低い。したがって、かかる点からも、上記解析的手法を色素を含む塗布液の塗布に適用するのは難しいことが明らかである。

【0008】そこで、本発明の目的は、基板上に均一な膜厚の色素薄膜を得ることができる記録層の形成方法および光記録媒体の製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】前記目的を達成する本発明の第1の態様は、回転する基板上に色素溶液を塗布した後、前記基板の回転数を上げて前記色素溶液を当該基板上に拡げて記録層を形成するに際し、前記色素溶液の表面張力 X を、 $X \geq 20 \text{ dyne/cm}$ とし、また、当該色素溶液塗布時の前記基板の回転数 Y を、 $60 \text{ rpm} \leq Y \leq 40 \text{ rpm}$ とし、かつ、塗布時の回転数 Y と前記色素溶液の粘度 Z との積 YZ を、 $1000 \text{ rpm} \cdot \text{cp} \leq YZ \leq 400 \text{ rpm} \cdot \text{cp}$ とすることを特徴とする記録層の形成方法にある。

【0010】また、本発明の第2の態様は、回転する基板上に色素溶液を塗布した後、前記基板の回転数を上げて前記色素溶液を当該基板上に拡げて記録層を形成する工程を含む光記録媒体の製造方法において、前記色素溶液の表面張力 X を、 $X \geq 20 \text{ dyne/cm}$ とし、また、当該色素溶液塗布時の前記基板の回転数 Y を、 $60 \text{ rpm} \leq Y \leq 40 \text{ rpm}$ とし、かつ、塗布時の回転数 Y と前記色素溶液の粘度 Z との積 YZ を、 $1000 \text{ rpm} \cdot \text{cp} \leq YZ \leq 400 \text{ rpm} \cdot \text{cp}$ とすることを特徴とする光記録媒体の製造方法にある。

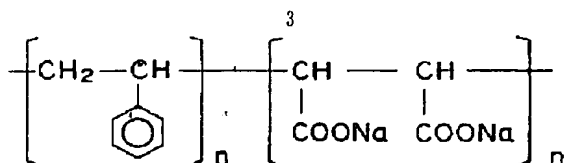
【0011】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0012】(試料 No. 1) イソブチルアルコールにシアニン系色素NK-2929(株)日本感光色素研究所)を溶解した色素溶液を得た。得られた色素溶液は、表面張力が 24.5 dyne/cm 、粘度が 4 cp である。かかる色素溶液に、さらに、下記化1に示す増粘剤を加えて粘度を 16 cp に調整した。

【0013】

【化1】



【0014】幅0.6μm、深さ2000オングストロームの溝を1.6μm間隔でスパイラル状に設けられた厚さ1.2mmの内径15mm、外径120mmのポリカーボネート基板に、上記色素溶液を塗布した。色素溶液の塗布位置は基板の内周端側近傍であり、このときの

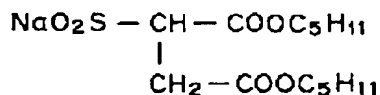
基板は低速回転とし、その回転数は50rpmである。基板が二回転した後、回転数を6000rpmまで段階的に上げて高速回転とし、これにより、基板上に色素溶液を拡げ、記録層を形成した。低速回転時の回転数と色素溶液の粘度との積は800rpm・cpである。

【0015】記録層の上に、直流(DC)スパッタ法により金反射層を形成し、さらに、紫外線硬化樹脂をスピンコート法により塗布し、該樹脂を紫外線照射により硬化させて試料No. 1の光記録媒体を得た。

【0016】(試料No. 2および3) 試料No. 1に用いた色素溶液に下記化2に示す界面活性剤を加えて、表面張力が20dyne/cmおよび18dyne/cmの色素溶液を得た。これらの色素溶液を用いた以外は試料No. 1と同様にして、試料No. 2および3の光記録媒体を得た。

【0017】

【化2】



【0018】(試料No. 4~7) 試料No. 1とは、化1に示す増粘剤の量だけを変化させて粘度が7.5cpの色素溶液を調製した。また、当該色素溶液を基板に塗布する際の低速回転の回転数を50, 55, 60および65rpmとした以外は、試料No. 1と同様にし、試料No. 4, 5, 6および7の光記録媒体を得た。各々の、低速回転時の回転数と色素液の粘度との積は、それぞれ375, 412.5, 450および487.5rpm・cpであった。

【0019】(試料No. 8~12) 試料No. 1とは、化1に示す増粘剤の量だけを変化させて粘度が10cpの色素溶液を調製した。また、当該色素溶液を基板に塗布する際の低速回転の回転数を35, 40, 50,

$$\frac{pp(58) - pp(23)}{pp(40)} \times 100 \leq 30$$

【0025】

60および65rpmとした以外は、試料No. 1と同様にし、試料No. 8, 9, 10, 11および12の光記録媒体を得た。各々の、低速回転時の回転数と色素液の粘度との積は、それぞれ350, 400, 500, 600および650rpm・cpであった。

【0020】(試料No. 13~17) 試料No. 1とは、化1に示す増粘剤の量だけを変化させて粘度が18cpの色素溶液を調製した。また、当該色素溶液を基板に塗布する際の低速回転の回転数を35, 40, 50, 55および60rpmとした以外は、試料No. 1と同様にし、試料No. 13, 14, 15, 16および17の光記録媒体を得た。各々の、低速回転時の回転数と色素液の粘度との積は、それぞれ630, 720, 900, 990および1080rpm・cpであった。

【0021】(試料No. 18~21) 試料No. 1とは、化1に示す増粘剤の量だけを変化させて粘度が22cpの色素溶液を調製した。また、当該色素溶液を基板に塗布する際の低速回転の回転数を35, 40, 45および50rpmとした以外は、試料No. 1と同様にし、試料No. 18, 19, 20および21の光記録媒体を得た。各々の、低速回転時の回転数と色素液の粘度との積は、それぞれ770, 880, 990および1100rpm・cpであった。

【0022】記録層の膜厚はプッシュプル値(push-pull値)を代用する。push-pull値(pp値ともいう)とは、基板に照射されたレーザー光が上記溝により反射回折された光を溝の中心に対して左右対称に配置された受光部での出力差として取り出し、トラッキングエラー信号を検出した後、トラッキングエラー信号の振幅量を溝部の反射電位で規格化したものであり、記録層の膜厚の代用特性となる。

【0023】基板に形成された記録層の内径から23mm, 40mm, 58mmのpush-pull値を求め、結果を表1に示す。push-pull値のばらつきが式1を満足すれば、基板上に均一な膜厚の色素薄膜が得られ、情報を読み出す時にエラーを生じない。式

(1)においてpp(58)は内径から58mmのpush-pull値である。式(1)は形成された記録層の内周端側の膜厚と外周端側の膜厚との差をほぼ中心で割った値であり、その値が30%以内であることが必要である。

【0024】

【数1】

(1)

【表1】

試料 No	X:表面張力 (dyne/cm)	Y:回 転 数 (rpm)	Z:色素溶液 の粘度 (cp)	Y×Z (rpm·cp)	push-pull			式(1) の値	本発明か 否か
					23mm	40mm	58mm		
1	24.5	50	16	800	0.080	0.081	0.079	1.23	本発明 本発明 否
2	20	50	16	800	0.090	0.086	0.080	11.6	
3	18	50	16	800	0.105	0.091	0.073	35.2	
4	24.5	50	7.5	375	0.080	0.080	0.050	37.5	否 本発明 本発明 否
5	24.5	55	7.5	412.5	0.080	0.079	0.066	17.7	
6	24.5	60	7.5	450	0.077	0.082	0.063	17.1	
7	24.5	65	7.5	487.5	0.050	0.082	0.092	51.2	
8	24.5	35	10	350	0.080	0.079	0.050	38	否 本発明 本発明 本発明 否
9	24.5	40	10	400	0.080	0.086	0.065	17.4	
10	24.5	50	10	500	0.080	0.082	0.082	2.44	
11	24.5	60	10	600	0.070	0.080	0.080	12.5	
12	24.5	65	10	650	0.060	0.077	0.085	32.5	
13	24.5	35	18	630	0.090	0.082	0.055	42.7	否 本発明 本発明 本発明 否
14	24.5	40	18	720	0.082	0.082	0.066	19.5	
15	24.5	50	18	900	0.081	0.082	0.079	2.4	
16	24.5	55	18	990	0.072	0.080	0.080	10.0	
17	24.5	60	18	1080	0.062	0.075	0.085	33.3	
18	24.5	35	22	770	0.090	0.083	0.057	39.7	否 本発明 本発明 否
19	24.5	40	22	880	0.083	0.082	0.066	20.7	
20	24.5	45	22	990	0.079	0.082	0.090	13.4	
21	24.5	50	22	1100	0.070	0.078	0.094	30.8	

【0026】表1に示された試料No. 1~3は色素溶液の塗布時の回転数Yが、 $60\text{rpm} \geq Y \geq 40\text{rpm}$ を満足し、かつ、塗布時の回転数Yと色素液の粘度Zとの積YZが、 $1000\text{rpm} \cdot \text{cp} \geq YZ \geq 400\text{rpm} \cdot \text{cp}$ を満足している。さらに、試料No. 1, 2は表面張力Xが、 $X \geq 20\text{dyne/cm}$ を満足しているが、試料No. 3はXが 20dyne/cm より小さい。試料No. 1, 2のpush-pull値のばらつきを示す式(1)の値が、それぞれ1.23, 11.6で、30%以内であり、基板上に均一な膜厚の色素薄膜が形成されていることがわかる。一方、試料No. 3の式(1)の値は30%を越えた35.2となり、記録層の膜厚が均一でない。

【0027】試料No. 4~7は、 $X \geq 20\text{dyne/cm}$ を満足しているが、試料No. 5および6は、YおよびYZが本発明の範囲内であり、試料No. 4, 7は、YおよびYZが本発明の範囲外である。本発明の範囲内にある試料No. 5および6の式(1)の値は、それぞれ17.7および17.1で、30%以内であり、基板上に均一な膜厚の色素薄膜が形成されていることがわかる。一方、試料No. 3および7の式(1)の値は、それぞれ37.5, 51.2で、30%を越えており、記録層の膜厚が均一でない。

【0028】同様に試料No. 8~12, 13~17, 18~21も、 $X \geq 20\text{dyne/cm}$ を満足しているが、それぞれ、YおよびYZが本発明の範囲内である試料と範囲外である試料とに区分される。本発明の範囲内の試料は、式(1)の値が30%以内で基板上に均一な

膜厚の色素薄膜が形成されてことがわかるが、本発明の範囲外の試料は、式(1)の値が30%を越えており、記録層の膜厚が均一でない。

【0029】図1は塗布時の回転数Yと、塗布時の回転数Yと色素液の粘度Zとの積YZとの関係を示すグラフである。横軸にYを、縦軸にYZを示す。図中、○は本発明に含まれる実施例であり、×は比較例である。点線で囲まれた本発明の範囲ではpush-pull値のばらつきは小さく、基板に形成されている色素薄膜の膜厚が均一であることを示す。すなわち、粘度の低い溶媒を用いて均一な膜厚を形成場合には、塗布液を振り切る高速回転時の回転数だけでなく、塗布液を基板に滴下する低速回転時の基板の回転数および塗布液の物性にも影響される。

【0030】そして、上記範囲内の製造条件で得られた光記録媒体は、均一な膜厚の色素薄膜が形成されているので、情報記録時に形成されるピットの形状および深さを一定とすることができる。

【0031】上記実施例では記録層としてシアニン色素を使用した。記録層としてはメロシアニン色素、フタロシアニン色素、含金属色素等を使用できることは言うまでもない。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように本発明方法によれば、スピンコート法を用いて均一な膜厚の記録層を形成できるので、情報記録時に形成されるピットの形状および深さを一定とすることができ、情報を読み出す時にエラーが生じにくい光記録媒体を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

液の粘度 Z との積 YZ との関係を示すグラフである。

【図 1】 塗布時の回転数 Y と、塗布時の回転数 Y と色素

【図 1】

